



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 198 13 108 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
C 08 J 9/12

②① Aktenzeichen: 198 13 108.9
②② Anmeldetag: 25. 3. 98
④③ Offenlegungstag: 30. 9. 99

DE 198 13 108 A 1

⑦① Anmelder:
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:
Glück, Guiscard, Dr., 55129 Mainz, DE; Hahn, Klaus,
Dr., 67281 Kirchheim, DE; Dodel, Peter, Dr., 76835
Rhodt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Verfahren zur Herstellung wasserexpandierbarer Styrolpolymerisate

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasser als einzigem Treibmittel enthaltenden Styrolpolymerisaten durch Vermischen einer Polystyrol-Schmelze mit Wasser und einem Emulgierhilfsmittel in einem Extruder, Auspressen der Schmelze in ein Wasserbad und Granulierung des abgekühlten Stranges.

DE 198 13 108 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung was-
serexpandierbarer Styrolpolymerisate (WEPS) durch Extrusion
von Polystyrol unter Zusatz von Wasser.

Teilchenförmige expandierbare Styrolpolymerisate (EPS)
können z. B. hergestellt werden durch Extrusion von Polystyrol
unter Zusatz eines flüchtigen organischen Treibmittels. Übliche
Treibmittel sind Kohlenwasserstoffe, insbesondere Pentan. Aus
Umweltschutzgründen muß bei der Herstellung und Verarbeitung
von EPS emittiertes Pentan wieder aufgefangen werden. Dies ist
aufwendig und kostenintensiv. Es ist daher sinnvoll, diese
organischen Substanzen längerfristig durch unbedenklichere
Treibmittel zu ersetzen, beispielsweise durch Wasser.

In einer Dissertation der Universität Eindhoven "Water
Expandable Polystyrene" von J.J. Crevecoeur aus dem Jahr
1997 ist ein Verfahren zur Herstellung von WEPS beschrieben,
bei dem zunächst Wasser in feiner Verteilung in Styrol mit
Hilfe von oberflächenaktiven Substanzen emulgiert, das Styrol
bis zu einem Umsatz von 50% polymerisiert, die Mischung unter
Phasenumkehr in Wasser suspendiert und das Styrol schließlich
mit Hilfe von Peroxid-Initiatoren auspolymerisiert wird. Als
oberflächenaktive Substanzen werden amphiphile Emulgatoren
eingesetzt, z. B. Natrium-Bis-(2-ethylhexyl)-sulfosuccinat
oder Natrium-Styrolsulfonat oder Blockcopolymere aus
Polystyrol-Blöcken und Polystyrol-sulfonat-Blöcken. Alle diese
Substanzen weisen sowohl einen hydrophilen als auch einen
hydrophoben Rest auf und sind daher in der Lage, Wasser in
Styrol zu emulgieren.

Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß es in zwei Stufen
durchgeführt wird: Erst wird Wasser in der Styrol/Polystyrol-
Mischung emulgiert, dann wird unter Phasenumkehr die
organische Phase in Wasser suspendiert.

Aufgabe der Erfindung war es daher, ein einfacheres,
einstufiges Verfahren zur Herstellung von WEPS zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst,
daß man eine Schmelze eines Styrolpolymerisats mit 3 bis
20 Gew.-% Wasser und einem Emulgierhilfsmittel unter
Druck vermischt, die Schmelze in ein unter Druck stehendes
Kühlmedium auspreßt und dabei den ausgepreßten und
abgekühlten Strang granuliert.

Bevorzugtes Styrolpolymerisat ist Polystyrol, es können
aber auch Copolymere des Styrols mit bis zu 20 Gew.-% an
Comonomeren, z. B. Alkylstyrole, Divinylbenzol, Acrylnitril,
1,1-Diphenylethen oder α -Methylstyrol, sowie Mischungen
von Styrolpolymerisaten mit bis zu 20 Gew.-% anderer
Polymerisate, wie Kautschuke oder Polyphenylenether
eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird zweckmäßiger-
weise in einem Extruder durchgeführt, wobei Temperaturen
von 180 bis 230°C, vorzugsweise 190 bis 220°C angewandt
werden. Das Wasser wird dabei zweckmäßigerweise über eine
Dosierpumpe eingepreßt, bevorzugt in Mengen von 5 bis
15 Gew.-% und insbesondere von 8 bis 13 Gew.-%, bezogen
auf das Styrolpolymerisat. Das Emulgierhilfsmittel wird in
Mengen von vorzugsweise 0,1 bis 12 Gew.-% und insbesondere
von 0,5 bis 8 Gew.-% zugesetzt. Emulgierhilfsmittel sind
amphiphile organische Verbindungen, die sowohl hydrophile
Gruppen, wie Hydroxyl-, Carboxyl- oder Aminreste, als auch
hydrophobe Gruppen, wie Alkyl- oder Arylreste tragen. Sie
bewirken, daß das Wasser, unterstützt durch die Scherung
im Extruder, sich homogen in sehr feinen Tröpfchen in der
Schmelze verteilt.

Das Emulgierhilfsmittel kann direkt als solches zugesetzt
werden. Beispiele für geeignete Substanzen sind Salze lang-
kettiger organischer Säuren, wie z. B. das Natriumsalz des

Sulfobernsteinsäure-di-2-ethylhexylesters, Natrium-bis-(2-
ethylhexyl)-sulfosuccinat, Blockcopolymere aus Polystyrol-
blöcken und Polystyrolsulfonatblöcken, ferner quartäre Am-
moniumalkylsulfonate, oxalkylierte Ammoniumsalze, so-
wie hydroxylgruppenhaltige Ester aus Fettsäuren oder Fett-
alkoholen.

Das Emulgierhilfsmittel kann auch durch recycelte Poly-
styrol-Partikelschaumstoffe (EPS-Recyclat) eingebracht
werden, die von der EPS-Herstellung her 0,2 bis 2 Gew.-%
üblicher Beschichtungsmittel, z. B. Antistatika, Antiverkle-
bungsmittel und/oder Mittel zur Verkürzung der Kühlzeit
enthalten. Diese Beschichtungsmittel sind meist ebenfalls
amphiphile organische Verbindungen. In diesem Fall kann
das Styrolpolymerisat ganz oder teilweise aus EPS-Recyclat
bestehen. Bevorzugt wird das EPS-Recyclat in Mengen von
5 bis 50 Gew.-% dem Styrolpolymerisat zugemischt.

Ferner ist es möglich, das Emulgierhilfsmittel in Form
von thermolabilen organischen Verbindungen einzubringen,
die bei Extrusionstemperaturen in amphiphile organische
Verbindungen zersetzt werden. Beispiele sind Halogenver-
bindungen, wie Hexabromcyclododecan, 1,1,2,2-Tetrabrom-
methan und Chlorparaffin; organische Peroxide, wie Diben-
zoylperoxid und Dicumylperoxid; Phosphorverbindungen,
wie Arylphosphate.

Es ist zweckmäßig, bei der Extrusion übliche Keimbild-
ner, z. B. Talkum oder Polyethylenwache zuzusetzen, ferner
organische Bromverbindungen, wie Hexabromcyclodode-
can als Flammenschutzmittel, vorzugsweise zusammen mit
Flammschutzsynergisten. In diesem Fall müssen etwas hö-
here Mengen als üblich, z. B. 0,5 bis 5 Gew.-%, zugesetzt
werden, da ein Teil der Bromverbindungen bei den hohen
Extrusionstemperaturen zerfällt.

Die Temperatur, bei der die Schmelze aus der Düse aus-
gepreßt wird, sollte höher liegen als die Glasktemperatur des
Styrolpolymerisats, vorzugsweise im Bereich zwischen 120
und 180°C. Damit bei diesen Temperaturen das im Styrolpo-
lymerisat enthaltene Wasser nicht verdampft und ein vorzei-
tiges Verschäumen bewirkt, muß rasch und unter Druck ab-
gekühlt werden. Dazu wird die Schmelze in ein Kühlme-
dium, vorzugsweise in ein unter Raumtemperatur und unter
einem Druck von 2 bis 20, vorzugsweise 5 bis 15 bar, ste-
hendes Wasserbad eingepreßt. Dort wird der abgekühlte
Schmelzstrang granuliert.

Bei der Granulierung entstandene WEPS-Partikel enthal-
ten 2 bis 20, insbesondere 5 bis 15 Gew.-% Wasser. Ihre Par-
tikelgröße beträgt 0,2 bis 5, vorzugsweise 0,5 bis 2 mm. Sie
können mit 110 bis 140°C heißer Luft oder überhitztem
Wasserdampf zu Schaumstoffpartikeln geschäumt werden.
Ein besonders elegantes Schäumverfahren, welches zu
Schaumpartikeln mit sehr niedriger Schüttdichte führt, ist in
der Deutschen Patentanmeldung P . . . beschrieben.

Die WEPS-Schaumpartikel können wie herkömmliche
EPS-Schaumpartikel zu Schaumstoff-Platten, -Blöcken oder
-Formteilen verschweißt werden, die als Isolier- oder Ver-
packungsmaterialien verwendet werden können.

Die in dem Beispiel genannten Prozente beziehen sich auf
das Gewicht.

Beispiel

Eine Vormischung aus 25 kg Polystyrol PS 158 K (BASF
AG) und 12,5 g Talkum HP 325 wird in einem Zweisechne-
kenextruder (ZSK 30) bei einer Masstemperatur von maxi-
mal 220°C aufgeschmolzen. Zu der Schmelze im Extruder
wird zusätzlich noch 5 Gew.-% Lutensit A-BO (BASF AG)
und 10 Gew.-% Wasser zudosiert. Die aus der Extruderdüse
(Düsentemperatur 160°C) austretende Schmelze wird mit-
tels eines Unterwassergranulators der Firma Gala (USA)

granuliert. Die Granulierung wird unter 10 bar Druck durchgeführt. Dieser Druck wird über eine Drossel (Schlauch mit 80 m Länge) erzielt, die zwischen Granulierung und Trockner eingebaut ist. Man erhält ein perlartiges Granulat mit einem mittleren Durchmesser von circa 1,5 mm. (Lutensit A-BO ist das Natriumsalz des Sulfobernsteinsäure-di-2-ethylhexylesters).

Das Granulat wird mit 130°C heißer Luft aufgeschäumt. Dabei expandieren die Perlen auf das 10-fache ihres ursprünglichen Schüttgewichtes von 600 g/l. Die vorgeschäumten Perlen werden anschließend in einem Strom von trockener, 70°C warmer Luft vom Restwasser befreit. Schließlich werden die Perlen in einem konventionellen Vorschäumer für EPS mittels Wasserdampf weiter geschäumt. Nach dreimaligem Schäumen mit Wasserdampf und dazwischenliegender jeweiliger Trocknung von Restwasser erhält man Schaumstoffperlen mit einer Schüttdichte von 10 g/l.

Patentansprüche

20

1. Verfahren zur Herstellung von Wasser als einzigem Treibmittel enthaltenden Styrolpolymerisaten durch Vermischen einer Schmelze des Styrolpolymerisats mit 3 bis 20 Gew.-% Wasser und einem Emulgierhilfsmittel unter Druck, Auspressen der Schmelze in ein unter erhöhtem Druck stehendes Kühlmedium und Granulieren des abgekühlten Strangs.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Emulgierhilfsmittel in Mengen von 0,1 bis 12 Gew.-% zugesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Emulgierhilfsmittel eine amphiphile organische Verbindung ist, die sowohl hydrophile als auch hydrophobe Gruppen trägt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen von Styrolpolymerisat mit Wasser und dem Emulgierhilfsmittel in einem Extruder bei Temperaturen zwischen 180 und 230°C durchgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze in ein Wasserbad ausgepreßt wird, welches Raumtemperatur aufweist und unter Druck von 2 bis 20 bar steht.
6. Verwendung der nach Anspruch 1 hergestellten, 2 bis 15 Gew.-% Wasser enthaltenden Styrolpolymerisate zur Herstellung von Schaumstoffen.

50

55

60

65

- Leerseite -